

## Air dan air limbah – Bagian 71: Cara uji krom heksavalen (Cr-VI) dalam contoh uji secara spektrofotometri





© BSN 2009

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN  
Gd. Mangala Wanabakti  
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.  
Telp. +6221-5747043  
Fax. +6221-5747045  
Email: [dokinfo@bsn.go.id](mailto:dokinfo@bsn.go.id)  
[www.bsn.go.id](http://www.bsn.go.id)

Diterbitkan di Jakarta



Daftar isi

Daftar isi ..... i

Prakata ..... ii

1 Ruang lingkup ..... 1

2 Istilah dan definisi..... 1

3 Cara uji..... 1

4 Pengendalian mutu..... 4

5 Presisi dan bias ..... 5

Lampiran A (normatif) Pelaporan..... 6

Lampiran B (informatif) Zat-zat pengganggu ..... 7

Bibliografi ..... 8

Tabel B.1 - Tabel zat-zat pengganggu ..... 7





## Prakata

Dalam upaya mendukung pelaksanaan perundang-undangan dan peraturan pemerintah di bidang pengelolaan lingkungan hidup, maka disusunlah Standar Nasional Indonesia (SNI) untuk pengujian parameter-parameter kualitas air.

SNI ini merupakan hasil SNI baru dengan judul *Air dan air limbah – Bagian 71: Cara uji krom heksavalen (Cr-VI) dalam contoh uji secara spektrofotometri*. SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination Of Water and Wastewater 21 th Edition*, editor L.S.Clesceri, A.E.Greenberg, A.D.Eaton, APHA, AWWA and WPCF, Washington DC (2005). SNI ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta di konsensuskan oleh Subpanitia Teknis 13-03-S1, *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 13-03, *Kualitas Lingkungan dan Manajemen Lingkungan* dengan para pihak terkait.

SNI ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis dan pemerintah terkait pada tanggal 11 September 2007 di Serpong. Selanjutnya SNI ini telah melalui tahap jajak pendapat pada tanggal 11 Juni 2008 samapai dengan 11 Agustus 2008. Kemudian SNI ini telah melalui tahap pemungutan suara pada tanggal 18 Maret 2009 sampai dengan 18 Juni 2009, dengan hasil akhir RASNI.

Dengan dirumuskannya SNI ini maka penerapan SNI 06-2515-1991 dinyatakan tidak berlaku lagi. Pemakai SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.



## Air dan air limbah – Bagian 71: Cara uji krom heksavalen (Cr-VI) dalam contoh uji secara spektrofotometri

### 1 Ruang lingkup

Metode pengujian ini digunakan untuk menentukan logam krom heksavalen (Cr-VI) terlarut dalam air dan air limbah secara spektrofotometri dengan kisaran 0,1 mg/L sampai 1,0 mg/L pada panjang gelombang 530 nm atau 540 nm.

### 2 Istilah dan definisi

#### 2.1

##### **air bebas mineral**

air yang diperoleh dengan cara penyulingan ataupun proses demineralisasi sehingga diperoleh air dengan konduktifitas lebih kecil dari 2  $\mu\text{S}/\text{cm}$

#### 2.2

##### **kurva kalibrasi**

kurva yang menyatakan hubungan kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan serapan yang merupakan garis lurus

#### 2.3

##### **larutan induk logam krom (Cr-VI)**

larutan yang mempunyai kadar logam krom heksavalen 500 mg Cr/L yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang rendah

#### 2.4

##### **larutan baku logam krom (Cr-VI)**

larutan induk logam krom heksavalen yang diencerkan dengan air bebas mineral sampai kadar tertentu

#### 2.5

##### **larutan kerja logam krom (Cr-VI)**

larutan baku logam krom heksavalen yang diencerkan dan digunakan untuk membuat kurva kalibrasi

#### 2.6

##### **larutan blanko**

air bebas mineral yang diasamkan atau perlakuannya sama dengan contoh uji

#### 2.7

##### **spike matrix**

contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu

### 3 Cara uji

#### 3.1 Prinsip

Ion krom heksavalen bereaksi dengan difenilkarbazida dalam suasana asam membentuk senyawa kompleks berwarna merah-ungu yang menyerap cahaya tampak pada panjang



gelombang 530 nm atau 540 nm. Serapannya yang diukur pada panjang gelombang tersebut sebanding dengan kadar ion krom heksavalen.

### 3.2 Bahan

Bahan kimia yang digunakan terdiri atas:

- air bebas mineral;
- serbuk kalium dikromat ( $K_2Cr_2O_7$ );
- asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) 0,2N;  
Larutkan 2,8 mL  $H_2SO_4$  pekat p.a (36 N) ke dalam 500 mL air bebas mineral dalam gelas piala.
- asam orto fosfat ( $H_3PO_4$ ) pekat p.a;
- larutan difenilkarbazida ( $C_{13}H_{14}N_4O$ , CAS No. 140-22-7).  
Larutkan 250 mg difenilkarbazida (1,5-difenilkarbazida) ke dalam 50 mL aseton. Simpan dalam botol gelas amber.

**CATATAN** Larutan ini dapat disimpan hingga satu minggu, bila warna belum berubah.

- natrium hidroksida (NaOH) 1N.  
Larutkan 40 g NaOH ke dalam 1 L air bebas mineral dalam gelas piala. Simpan dalam botol plastik.

### 3.3 Peralatan

Peralatan yang digunakan terdiri atas:

- Spektrofotometer sinar tampak;
- pH meter;
- labu ukur bertutup asah atau teflon 100,0 mL;
- gelas piala 100 mL dan 250 mL;
- gelas ukur 100 mL;
- pipet volumetrik 1,0 mL; 2,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL; 20,0 mL dan 50,0 mL;
- pipet ukur 10,0 mL;
- botol gelas 200 mL;
- seperangkat alat saring vakum;
- saringan membran dengan ukuran pori 0,45  $\mu m$ ;
- timbangan analitik dengan ketelitian 0,0001 g;
- labu semprot;
- desikator; dan
- oven.

### 3.4 Pengawetan contoh uji

Bila contoh uji tidak dapat segera diuji, maka contoh uji disaring dan diawetkan sesuai petunjuk di bawah ini:

Wadah	:	Botol plastik ( <i>polyethylene</i> )
Pengawet	:	Atur pH hingga 9 dengan penambahan NaOH
Lama penyimpanan	:	30 hari
Kondisi penyimpanan	:	4°C $\pm$ 2°C

**CATATAN** Contoh uji yang tidak diawetkan, lama penyimpanan maksimum 24 jam pada suhu 4°C  $\pm$  2°C.



### 3.5 Persiapan pengujian

#### 3.5.1 Persiapan contoh uji krom heksavalen

Siapkan contoh uji yang telah disaring dengan saringan membran berpori 0,45  $\mu\text{m}$  dan diawetkan. Contoh uji siap diukur.

#### 3.5.2 Pembuatan larutan induk logam krom heksavalen 500 mg (Cr-VI)/L

- larutkan  $\pm 141,4$  mg  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  kering oven dengan air bebas mineral dalam labu ukur 100,0 mL;
- hitung kadar krom heksavalen berdasarkan hasil penimbangan.

**CATATAN** Larutan ini dapat dibuat dari larutan standar 1000 mg (Cr-VI)/L siap pakai.

#### 3.5.3 Pembuatan larutan baku logam krom heksavalen 50 mg (Cr-VI)/L

- pipet 10,0 mL larutan induk krom heksavalen 500 mg (Cr-VI)/L, masukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL;
- tepatkan hingga tanda tera dengan air bebas mineral. 1,0 mL larutan ini mengandung 50,0  $\mu\text{g}$  Cr-VI.

#### 3.5.4 Pembuatan larutan baku logam krom heksavalen 5 mg (Cr-VI)/L

- pipet 10,0 mL larutan induk krom heksavalen 50 mg (Cr-VI)/L, masukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL;
- tepatkan hingga tanda tera dengan air bebas mineral. 1,0 mL larutan ini mengandung 5,0  $\mu\text{g}$  Cr-VI.

#### 3.5.5 Pembuatan larutan kerja logam krom heksavalen (Cr-VI)

- buat deret larutan kerja dengan 1 (satu) blanko dan minimal 3 kadar yang berbeda secara proporsional yang berada pada rentang pengukuran;
- masukkan ke dalam gelas piala 100 mL, kemudian tambahkan 0,25 mL (5 tetes)  $\text{H}_3\text{PO}_4$  ke dalam masing-masing larutan kerja;
- atur pH larutan kerja hingga pH  $2,0 \pm 0,5$  dengan penambahan asam sulfat 0,2 N.
- pindahkan larutan kerja ke dalam labu ukur 100,0 mL, tepatkan hingga tanda tera dengan air bebas mineral;
- tambahkan 2,0 mL larutan difenilkarbazida, kocok dan diamkan 5 hingga 10 menit;
- larutan kerja siap diukur serapannya.

### 3.6 Pembuatan kurva kalibrasi dan pengukuran contoh uji

#### 3.6.1 Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat dengan tahapan sebagai berikut:

- operasikan alat dan optimasikan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengukuran krom heksavalen. Atur panjang gelombangnya pada 530 nm atau 540 nm;
- ukur serapan masing masing larutan kerja kemudian catat dan plotkan terhadap kadar logam krom heksavalen;
- buat kurva kalibrasi dari data pada butir 3.6.1.b) di atas, dan tentukan persamaan garis lurus;
- jika koefisien korelasi regresi linier ( $r$ )  $< 0,995$ , periksa kondisi alat dan ulangi langkah pada butir 3.6.1 a) sampai dengan c) hingga diperoleh nilai koefisien  $r \geq 0,995$ .



### 3.6.2 Pengukuran contoh uji

- pipet sejumlah volume (V) contoh uji dan masukkan ke dalam gelas piala 100 mL, tambahkan 0,25 mL (5 tetes)  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , atur hingga pH  $2,0 \pm 0,5$  dengan penambahan asam sulfat 0,2 N;
- pindahkan larutan contoh uji tersebut ke dalam labu ukur 100,0 mL, tepatkan hingga tanda tera dengan air bebas mineral, kemudian tambahkan 2,0 mL larutan difenilkarbazida, kocok dan diamkan 5 hingga 10 menit;
- ukur serapannya pada panjang gelombang 530 nm atau 540 nm;
- catat hasil pengukuran

### 3.7 Perhitungan

Kadar logam krom heksavalen (Cr-VI) dihitung sebagai berikut:

$$\text{Cr - VI (mg/L)} = C \times \frac{102}{V} \times fp \quad (1)$$

#### Keterangan:

- C adalah kadar krom heksavalen yang didapat hasil pengukuran, dinyatakan dalam miligram per liter (mg/L);  
 102 adalah volume akhir, dinyatakan dalam mililiter (mL);  
 V adalah volume contoh uji, dinyatakan dalam mililiter (mL);  
 fp adalah faktor pengenceran (bila diperlukan).

## 4 Pengendalian mutu

- Gunakan bahan kimia pro analisis (pa).
- Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
- Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
- Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
- Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.
- Perhitungan koefisien korelasi regresi linier (r) lebih besar atau sama dengan 0,995 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
- Lakukan analisis blanko dengan frekuensi 5% - 10% per *batch* (satu seri pengukuran) atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol kontaminasi.
- Lakukan analisis duplo dengan frekuensi 5% - 10% per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol ketelitian analisis. Jika Perbedaan Persen Relatif (*Relative Percent Difference, RPD*) sama dengan 10% maka dilakukan pengukuran ketiga.

Persen RPD

$$\%RPD = \left| \frac{\text{hasil pengukuran} - \text{duplikat pengukuran}}{(\text{hasil pengukuran} + \text{duplikat pengukuran})/2} \right| \times 100\% \quad (2)$$

- Lakukan kontrol akurasi dengan *spike matrix* atau salah satu standar kerja dengan frekuensi 5% - 10% per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10. Kisaran persen temu balik untuk *spike matrix* adalah 85% - 115% dan untuk standar kerja 90% - 110%.



Persen temu balik (% *recovery*, %R)

$$\%R = \left( \frac{A - B}{C} \right) \times 100\% \quad (3)$$

**Keterangan:**

- A adalah kadar contoh uji yang diperkaya (*spike*) (mg/L);
- B adalah kadar contoh uji (mg/L);
- C adalah kadar standar yang ditambahkan (*target value*) (mg/L).

**CATATAN 1** Volume *spike matrix* yang ditambahkan maksimal 5% dari volume contoh uji.

**CATATAN 2** Hasil akhir kadar contoh uji yang diperkaya (*spike matrix*) berkisar 2 kali kadar contoh uji. Kadar contoh uji yang sudah di-*spike* berada pada kisaran rentang pengukuran.





**Lampiran A**  
(normatif)  
**Pelaporan**

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analis.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Rekaman hasil pengukuran duplo.
- 5) Rekaman kurva kalibrasi.
- 6) Nomor contoh uji.
- 7) Tanggal penerimaan contoh uji.
- 8) Rekaman hasil perhitungan.
- 9) Hasil pengukuran persen *spike matrix* atau standar kerja dan CRM (bila dilakukan).
- 10) Kadar analit dalam contoh uji.





**Lampiran B**  
(informatif)  
**Zat-zat pengganggu**

**Tabel B.1 - Tabel zat-zat pengganggu**

Nama zat	Level kadar	Keterangan
Molibdenum heksavalen	> 200 mg/L	Membentuk warna dengan difenil karbazida
Vanadium	> 10 kali kadar Cr VI	
Besi	> 1 mg/L	Membentuk warna kuning

Sumber: *Standard Methods for the Examination of water and wastewater 21<sup>st</sup> edition, 2005 Method 3500-Cr B.*





## Bibliografi

*Standard Methods for the Examination of water and wastewater 21<sup>st</sup> edition, 2005 Method 3500-Cr B.*

Komite Akreditasi Nasional, SR 02 *Persyaratan tambahan untuk akreditasi laboratorium pengujian kimia dan biologi*, 2004



















**BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN**  
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4  
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270  
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : [bsn@bsn.go.id](mailto:bsn@bsn.go.id)